

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-115522  
(43)Date of publication of application : 16.05.1991

(51)Int.Cl.

C21D 6/00  
H01F 1/053  
H01F 41/02

(21)Application number : 01-253079

(71)Applicant : SEIKO INSTR INC

(22)Date of filing : 27.09.1989

(72)Inventor : INOKOSHI YOSHIO

## (54) SURFACE TREATMENT FOR RARE EARTH-IRON MAGNETIC MATERIAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To convert a surface layer into amorphous state and to form a firm highly corrosion resistant protective layer by irradiating the surface of a rare earth-iron magnetic material with a high energy electron beam.

CONSTITUTION: The surface of a polycrystal as rare earth-iron magnetic material is irradiated with a high energy electron beam having  $\geq 10\text{keV}$  pressure voltage to undergo rapid heating and is then cooled rapidly, by which the surface layer is structurally converted into highly corrosion resistant amorphous state. The amount of iron oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) is reduced with the increase in the thickness of the amorphous layer, and corrosion resistance can be improved. Accordingly, the chances of application of this magnet to purposes requiring resistance to severe environment can be improved.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

REST AVAILABLE COPY

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-115522

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>C 21 D 6/00  
H 01 F 1/053  
41/02

識別記号

B

庁内整理番号

6813-4K

⑬ 公開 平成3年(1991)5月16日

G

2117-5E  
7303-5E

H 01 F 1/04

A

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 希土類鉄系磁石材料の表面処理方法

⑮ 特 願 平1-253079

⑯ 出 願 平1(1989)9月27日

⑰ 発 明 者 猪 越 良 夫 東京都江東区亀戸6丁目31番1号 セイコー電子工業株式  
会社内⑱ 出 願 人 セイコー電子工業株式 東京都江東区亀戸6丁目31番1号  
会社

⑲ 代 理 人 弁理士 林 敬之助

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

希土類鉄系磁石材料の表面処理方法

## 2. 特許請求の範囲

10keV以上の加速電圧を持つ高エネルギー電子線を希土類鉄系磁石材料の表面に照射することにより、合金表面層をアモルファス化することを特徴とする希土類鉄系磁石合金の表面処理方法。

3. 発明の詳細な説明  
全、特許請求の範囲

(産業上の利用分野)

当該磁石は、電子式腕時計のステッピングモータの磁石、音響機器のサーボモータ及びスピーカ等の小型民生用電気製品からコンピュータの端末に到るまで幅広く利用されている。

(発明の概要)

希土類鉄系磁石は鉄分を多く含むことから、高い飽和磁束密度を持ち、最大エネルギー積の高い

磁石である。しかしながら、その反面、耐蝕性の悪いことが実用化を進める上で、大きな障害となっていることが公知となっている。

本発明の結果、10kV以上の電子線を磁石合金表面に照射することにより、表面層をアモルファス化させ、耐蝕性を高めることができた。

(従来の技術)

希土類磁石の表面処理として、例えば、特公昭56-166393号に開示されているように、電気メッキを用いた方法もしくは原理を同一とし、容易に類推される他の方法あるいはCVD、PVDを用い、表面をより耐蝕性が高く、地金と異なる物質で被覆することにより、高耐蝕性を得る方法等、多くの方法が提案されている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、従来の方法では、表面保護層と磁束合金の地金において、両者の組成が著しく異なることから、密着性が悪く、表面保護層(あるいは膜)の剥離が生じやすいという欠点があった。

(課題を解決するための手段)

FP05-0116-
00W0-TD
05.7.12
SEARCH REPORT

本発明では、10 k e V 以上の高エネルギー電子線を磁石合金表面に照射することにより、表面の組成を変えることなく、表面層を耐蝕性の高いアモルファスに構造的に変えることが可能となった。本発明により、極めて耐蝕性が優れた強固な保護法（膜）を得ることができた。

微小な希土類鉄系磁石材料の優れた表面加工処理技術が確立されていない現状を鑑みれば、本発明の工業的価値は極めて大きい。

#### （作用）

最大エネルギー値の高い希土類鉄系磁石合金は、多結晶を用いて作製することが公知となっているが、その多結晶表面に高エネルギー電子の照射により、急激に加熱した後、急冷されるためアモルファス化が起こるものと考えられる。

特許請求の範囲で10 k e V 以上と限定した理由は、その加速電圧以下では、アモルファスを誘起するにはエネルギーが充分ではないか、あるいはアモルファス層を表面に形成したとしても、極めて厚みが小さく、実用上、耐蝕性が確保できなく

なる場合もあることによる。

#### （実施例）

Nd33wt%、Biwt%、Fe66wt%の母合金をアーク溶解により溶製した後、ボールミルを用い、平均粒度3 $\mu$ mの粉末に加工した。得られた粉体は、横磁界成型した後、1100℃の温度で1時間焼結した。焼結体は切断器を用い、複数個の板状試片に切り出された後、いずれの試片もエタノール中で表面研磨（#1500）し、テストサンプルとした。

電子線の照射条件は、加速電圧を0 k V から200 k V まで10 k V 間隔とし、照射時間は0時間から50時間とした。

試料の耐蝕性の評価は、1モルのNaCl水溶液に1週間浸漬し、腐食性成分である酸化鉄量をX線回折法による回折強度の大きさから概算し、腐食の度合いの目安とした。

また、表面層の構造は透過電子顕微鏡を用い、評価した。結果を表1に示す。

表 1

	加速電圧 (KV)	照射時間 (h)	表面構造とその厚み	酸化鉄 (ColD)
従 来	0	0	多結晶、全部	3.5
本発明品	1.0	2	多結晶+アモルファス10nm	3.0
	1.0	1.0	アモルファス 30nm	2.0
	1.0	5.0	アモルファス 100nm	3
	2.0	3	アモルファス 15nm	2.6
	2.0	1.5	アモルファス 50nm	1.9
	2.0	4.0	アモルファス 110nm	3
	3.0	2.0	アモルファス 60nm	1.7
	4.0	2.0	アモルファス 64nm	1.8
	5.0	2.0	アモルファス 100nm	4
	6.0	2.0	アモルファス 120nm	2
	7.0	2.0	アモルファス 130nm	1
	8.0	2.0	アモルファス 131nm	1
	9.0	2.0	アモルファス 135nm	1以下
	10.0	2.0	アモルファス 140nm	1以下
	15.0	1.5	アモルファス 139nm	1以下
	20.0	1.5	アモルファス 141nm	1以下

表1より、高エネルギー電子線により誘起され、形成される表面アモルファス層の厚みが増大すると共に、腐食生成物である酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の量が減少することから、アモルファス層の形成が、耐蝕性を高める役割を果たしていることが判る。特に、70 k V 以上で20時間、照射した場合においては、高耐蝕性を示し、実用上、問題がないと考える。

また、ピンセットを用いた簡便な剥離テストの結果を表2に示す。（高い数値ほど剥離しにくい。）

表 2

	剥離に到るまでの回数
本 発 明 品	10 <sup>3</sup> 回以上
電気銅メッキ	3×10 <sup>3</sup> 回以上
クロミック・クロマト処理	1.2×10 <sup>4</sup> 回以上

表1の結果と表2より得られた知見を考え合わせると、本発明が極めて強固な高耐蝕保護層（膜）を提供する方法であることが明らかである。

（発明の効果）

本発明により、希土類鉄系磁石の欠点である耐  
蝕性の課題を克服することが可能となった。厳し  
い耐環境性が要求される用途にも、本系磁石を使  
用する機会が拡大するものである。

以 上

出願人 セイコー電子工業株式会社

代理人 弁理士 林 敬 之 助